

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : JP 09-052240

(43)Date of publication of application : 25.02.1997

(51)Int.Cl.

B29C 41/24

C08J 5/18

G02B 5/30

(21)Application number : 07-204390

(71)Applicant : SEKISUI CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 10.08.1995

(72)Inventor : SUEZAKI MINORU  
ABE TOMOHIRO

## (54) PRODUCTION OF OPTICAL TRANSPARENT FILM

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a producing method for an optical transparent film which shows little unevenness of thickness and inhibits optical strain.

SOLUTION: In solution film casting in which a solution viscosity ( $\eta$ ) at a liquid temperature at the time of drying is  $\geq 10$  poise, wind velocity V (m/sec) in the normal direction on the solution casting face in a dry drying process is regulated to a range shown in the formula.  $0.34 \times \eta 0.65 \leq V \leq 0.8 \times \eta 0.65$ .

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 26.11.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 23.06.2004

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

特開平9-52240

(43) 公開日 平成9年(1997)2月25日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
B29C 41/24		7310-4F	B29C 41/24	
C08J 5/18			C08J 5/18	
G02B 5/30			G02B 5/30	

審査請求 未請求 請求項の数 1 O.L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平7-204390

(22) 出願日 平成7年(1995)8月10日

(71) 出願人 000002174

積水化学工業株式会社

大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号

(72) 発明者 末崎 義

埼玉県蓮田市黒浜3535 積水化学工業株式

会社内

(72) 発明者 安部 智博

埼玉県蓮田市黒浜3535 積水化学工業株式

会社内

(54) 【発明の名称】 光学用透明フィルムの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 厚さのバラツキが小さく、光学的歪みを抑えた光学用透明フィルムの製造方法を提供する。

【解決手段】 乾燥時の液置における溶液粘度 ( $\eta$ ) が 10 poise 以上である溶液キャスト製膜において、乾燥工程における溶液キャスト面の法線方向の風速  $V$  (m/秒) が下式に示される範囲にあることを特徴とする光学用透明フィルムの製造方法。

$$0.34 \times \eta^{0.65} \leq V \leq 0.8 \times \eta^{0.65}$$

【特許請求の範囲】

【請求項1】 乾燥時の液温における溶液粘度 ( $\eta$ ) が 10 poise 以上である溶液キャスト製膜において、乾燥工程における溶液キャスト面の法線方向の風速  $V$  ( $\text{m}/\text{秒}$ ) が下式に示される範囲にあることを特徴とする光学用透明フィルムの製造方法。

【化1】

【発明の効果を説明】  $0.45 \leq V \leq 0.8 \times \eta^{0.45}$

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、光学用透明フィルムの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、液晶ディスプレイ等の画像表示装置に光学用プラスチックフィルムが汎用されるようになってきている。これらの例は枚挙に暇がないが、例えば、偏光板の保護フィルム等を用いられる低屈折率性の透明フィルム、防眩材料等に用いられる  $1/4\lambda$  の位相差を有する複屈折性の透明フィルム、STN液晶を用いた液晶ディスプレイ等の複屈折による位相差を補償する位相差補償フィルム等があげられる。

【0003】 上記光学用プラスチックフィルムは、主として、T型法等の溶液キャスト製膜法と、溶液キャスト製膜法によって製造されている。上記溶液キャスト製膜法は、例えば、特開昭52-147662号公報に記載されている如く、加熱溶解された熱可塑性樹脂を金型よりフィルム状に押出して支持体表面にキャスト（流延）して冷却し、製膜するものである。

【0004】 しかし、上記溶液キャスト製膜法によって得られるフィルムは、溶解残渣や異物等を核にして形成されるフィッシュアイによる透明性や平滑性等の外観品質が低劣であるだけでなく、厚さの精度も充分でなく、上記製膜装置の機械加工精度から限度があり、良質の光学用プラスチックフィルムを得ることができない。

【0005】 上記溶液キャスト製膜法は、例えば、特開平2-111511号公報に記載されている如く、プラスチックを適宜溶剤に溶解した溶液や重合性モノマー等を含む溶液を、コンマコーター、リップコーター、ドクターブレードコーター、バーコーター、ロールコーター等のコーターを用いて、ステンレススチールベルト、ステンレススチールドラム、離型性を有するプラスチックフィルム等の支持体表面にキャストし、加熱して溶剤を揮発しもしくは重合性モノマーを重合させた後、形成したフィルムを上記支持体から剥離して光学用プラスチックフィルムを得るものである。

【0006】 上記溶液キャスト製膜法は、キャストする溶液の固形分が100%でないため、前記する各種コーターの機械精度に起因する厚さのバラツキに固形分比率を乗じたものが乾燥後のフィルムの厚さのバラツキとなり、上記溶液キャスト製膜法に比して厚さのバラツキは

小さくなる。又、キャストする際の溶液の粘度は、溶液キャスト製膜法に比して低いのでは留置性の小さいフィルムによってゲル化した材料や異物を除去することが容易となり、透明性や平滑性等の外観品質も溶液キャスト製膜法に比して改善される。

【0007】 しかし、上記溶液キャスト製膜法において使用されるコーターの機械加工精度や使用するキャスト用溶液にもよって、キャストされた上記溶液の被膜を加熱乾燥する工程での加熱乾燥条件及びそのバラツキによって、得られる光学用プラスチックフィルムの厚さのバラツキやその他の光学的歪みを生じ、反射像や透過像を歪ませるといった光学用フィルムとしての欠陥を露呈するものであった。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、假上の事実に鑑みなされたものであって、その目的とするところは、厚さのバラツキが小さく、光学的歪みを抑えた光学用透明フィルムの製造方法を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】 本発明は、乾燥時の液温における溶液粘度 ( $\eta$ ) が 10 poise 以上である溶液キャスト製膜において、乾燥工程における溶液キャスト面の法線方向の風速  $V$  ( $\text{m}/\text{秒}$ ) が下式 (1) に示される範囲にあることを特徴とする光学用透明フィルムの製造方法をその要旨とするものである。

【0010】

【化2】

0.45  $\leq V \leq 0.8 \times \eta^{0.45}$  本発明は、上記光学用透明フィルムを形成する造膜材料としては、溶液キャストし得る溶剤があり、乾燥後に透明フィルムを形成し得る高分子であれば特に限定されるものではないが、例えば、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリメタクリル酸メチル、ポリアリレート、ポリサルホン、ポリエーテルサルホン、ポリフェニレンオキサイド等が挙げられる。上記高分子を溶解する溶剤は、各々の高分子を均一、且つ、好ましい濃度で溶解する溶剤から適宜選択使用されるが、例えば、ポリカーボネートに対し塩化メチレン、ポリサルホンに対しアニソール、ポリスチレンに対しメチルエチルケトンやトルエン、ポリアリレートに対し塩化メチレン等が挙げられる。

【0012】 上記溶液キャスト製膜に使用されるキャスト用支持体としては、上記キャスト溶液に用いられる溶剤に侵されず、且つ、表面が平滑性に優れるものであれば特に限定されるものではないが、例えば、銅やステンレス鋼等の金属、ポリイミド、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート等の熱安定性の低い合成樹脂、上記金属の表面にガラスやセラミックスを被覆したものやこれら支持体の表面をシリコーン樹脂やフッ素樹脂等で離型処理したものが、ドラム、エンド

レスベルト、板、フィルム等の形態で使用される。

【0013】本発明の溶液キャスト製膜における塗膜の乾燥手段は、熱風乾燥手段を含むものであれば、特に限定されるものではない。上記熱風乾燥手段としては、例えば、支持体上の塗膜の法線方向に設置された複射対の熱風吹出しノズルから前記キャスト溶液の粘度に応じて与えられる風速の範囲内で熱風を吹き出して乾燥するものであってもよく、又、上記塗膜面とその反対側の支持体面の両面から熱風を吹き出して乾燥するものであってもよい。更に、塗膜面に対して斜め方向の吹出しノズルから熱風が吹き出されてもよい。又、上記支持体や搬送ロールの加熱による乾燥や赤外線等の放射熱を補助乾燥手段として併用してもよい。

【0014】上記熱風乾燥手段における熱風のキャスト溶液塗膜面に対する法線方向の成分の風速  $V$  (m/秒) が、乾燥時の上記キャスト溶液粘度における溶液粘度が 10 poise 以上である場合、その粘度  $\eta$  (poise) に応じて前記式 (1) に示した範囲内とすることによって、乾燥された塗膜の表面状態や厚さのバラツキを小さくし、光学的に歪みの小さいフィルムが得られるのである。これは、乾燥時の熱風により、塗布面に生じた施工スジの加え厚のバラツキが解消し、結果的に塗布面のレベリングが促進されるためであると推定される。

【0015】上記熱風による塗膜表面の挙動としては、次のような関係が認められる。即ち、粘度が大きいと熱風の影響を受けにくくなり、塗膜表面の乱れが生じにくいため、大きい風速で乾燥を行わなければレベリング効果を得にくい。一方、粘度が低くなるに従って、小さい風速によっても塗膜表面の乱れが生じ、レベリング効果も大きい。粘度が 10 poise 未満であると、熱風による塗膜表面の乱れが大きくなり、レベリングの範囲を超えて逆に平滑な表面の塗膜を得ることができなくなる。又、上記粘度が 10 poise 未満の塗膜と同様に、前記式 (1) に示した範囲の上限を超える場合も、熱風による塗膜表面の乱れがレベリングの範囲を超えて大きくなり、大きい風速で提供された塗膜表面が光学的な歪みとして視認され、前記式 (1) に示した範囲の下限未満になる場合には、レベリング効果は得られず、このような風速  $V$  (m/秒) で乾燥された塗膜から得られるフィルムは、施工スジがそのまま光学的な歪みとして視認され、これらのフィルムを一軸延伸処理を行っても上記光学的な歪みは是正されない。以上の事実に基づき、前記式 (1) が案出されたのである。

【0016】  
【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について、実施例を挙げて更に詳細に説明する。  
【実施例 1】ポリサルホン樹脂 (テイジンアモコエジニアリングプラスチック社製、商品名：ユーデル P-3500、ペレット状) をアニソール (みどり化学社製) に溶解し、充分に脱泡して濃度 38 重量%の塗工用ポリ

サルホン樹脂溶液を調製した。

【0017】コーターヘッドとしてコンマロールを用い、厚さ 75  $\mu$ m のポリミッドフィルム (東レーデュボン社製、商品名：カプトン) をキャスト用支持体とし、コンマロールの中央部に厚さ 25  $\mu$ m、幅 5mm のポリエチレンテレフレート (PET) フィルムのリボン巻き付け、故意に施工スジを発生するようにした塗布部を準備した。乾燥方式は、ロール送進による熱風乾燥で、3つの乾燥ゾーンを有し、各ゾーンともキャスト面にその上方から熱風を吹き付けて乾燥する方式である。各ゾーンの熱風温度は、塗布部に近い方から順に、150℃、180℃、210℃に設定された。

【0018】上記コンマコーターに上記塗工用ポリサルホン樹脂溶液を供給し、乾燥機における熱風のキャスト面に対する法線方向の風速を 5.5m/秒に設定して厚さ 80  $\mu$ m のポリサルホン樹脂フィルムを製造した。上記乾燥機の最初の乾燥ゾーン内におけるキャスト塗膜の粘度は 130℃であり、この粘度におけるキャスト溶液の粘度は 59 poise であった。上記の如く、故意に施工スジが発生するように PET フィルムのリボンを巻き付けた部分に相当するポリサルホン樹脂フィルムの部位を膜厚計によって厚さ測定を行ったが、該部位の膜厚は、80  $\pm$  1  $\mu$ m であり、該部位以外の膜厚のバラツキはほぼ同等であった。

【0019】上記ポリサルホン樹脂フィルムを、次いで、1.4 倍に一軸延伸処理を行い、位相差補償フィルムを作製した。得られた位相差補償フィルムを、偏光軸が直交するように設置された 2 枚の偏光板の間に、2 枚の偏光板の偏光軸と上記位相差補償フィルムの延伸軸が 45° の角度をなすように挟み、前記故意に施工スジが発生するようにした部位を観察したが、光学的なムラは視認されなかった。

【0020】【実施例 2】実施例 1 と同様にして、ポリサルホン樹脂をアニソールに溶解し、充分に脱泡して濃度 35 重量%の塗工用ポリサルホン樹脂溶液を調製した。

【0021】実施例 1 と同じコンマコーターに上記塗工用ポリサルホン樹脂溶液を供給し、乾燥機における熱風のキャスト面に対する法線方向の風速を 4.3m/秒に設定して厚さ 100  $\mu$ m のポリサルホン樹脂フィルムを製造した。上記乾燥機の最初の乾燥ゾーン内におけるキャスト塗膜の粘度は 130℃であり、この粘度におけるキャスト溶液の粘度は 20 poise であった。上記の如く、故意に施工スジが発生するように PET フィルムのリボンを巻き付けた部分に相当するポリサルホン樹脂フィルムの部位を膜厚計によって厚さ測定を行ったが、該部位の膜厚は、100  $\pm$  1  $\mu$ m であり、該部位以外の膜厚のバラツキはほぼ同等であった。

【0022】上記ポリサルホン樹脂フィルムを、次いで、1.3 倍に一軸延伸処理を行い、位相差補償フィルム

ムを製した。得られた位相差補償フィルムを、実施例1と同様に前記故意に加工エッジが発生するようにした部位を観察したが、光学的なムラは視認されなかった。

【0023】(実施例3) 実施例1のアニソールに替えて、塩化メチレン(和光純薬社製)を用い、充分に脱泡した濃度23重量%の加工用ポリサルホン樹脂溶液を調製した。

【0024】実施例1のコーターヘッドをドクターブレードコーターに替え、キャスト用支持体をPETフィルム(帝人社製、商品名:テトロンOX)に替え、更に、乾燥機における乾燥ゾーンの温度を順に、40℃、70℃、100℃に設定し、実施例1と同様に上記加工用ポリサルホン樹脂溶液を供給し、乾燥機における熱風のキャスト面に対する法線方向の風速を6.0m/秒に設定して厚さ80μmのポリサルホン樹脂フィルムを製造した。上記乾燥機の最初の乾燥ゾーン内におけるキャスト溶液の粘度は25poiseであった。上記の如く、故意に加工エッジが発生するようにPETフィルムのリボン巻き付けた部分に相当するポリサルホン樹脂フィルム膜厚計によって厚さ測定を行ったが、該部位の膜厚は、 $80 \pm 1 \mu\text{m}$ であり、該部位以外の膜厚のパラッキとはほぼ同等であった。

【0025】上記ポリサルホン樹脂フィルムを、次いで、1.4倍に一軸延伸処理を行い、位相差補償フィルムを製した。得られた位相差補償フィルムを、実施例1と同様に前記故意に加工エッジが発生するようにした部位を観察したが、光学的なムラは視認されなかった。

【0026】(実施例4) 実施例3と同様に塩化メチレンを用い、充分に脱泡した濃度33重量%の加工用ポリサルホン樹脂溶液を調製した。

【0027】実施例3のコーターヘッドをダイコーターに替え、実施例3と同様に上記加工用ポリサルホン樹脂溶液を供給し、乾燥機における熱風のキャスト面に対する法線方向の風速を15.0m/秒に設定して厚さ70μmのポリサルホン樹脂フィルムを製造した。上記乾燥機の最初の乾燥ゾーン内におけるキャスト溶液の粘度は25.5poiseであった。上記の如く、故意に加工エッジが発生するようにPETフィルムのリボン巻き付けた部分に相当するポリサルホン樹脂フィルム膜厚計によって厚さ測定を行ったが、該部位の膜厚は、 $70 \pm 1 \mu\text{m}$ であり、該部位以外の膜厚のパラッキとはほぼ同等であった。

【0028】上記ポリサルホン樹脂フィルムを、次いで、1.4倍に一軸延伸処理を行い、位相差補償フィルムを製した。得られた位相差補償フィルムを、実施例1と同様に前記故意に加工エッジが発生するようにした部位を観察したが、光学的なムラは視認されなかった。

【0029】(実施例5) 実施例1と同様にアニソール

を用い、充分に脱泡した濃度30重量%の加工用ポリサルホン樹脂溶液を調製した。

【0030】実施例1と同様に上記加工用ポリサルホン樹脂溶液を供給し、乾燥機における熱風のキャスト面に対する法線方向の風速を1.8m/秒に設定して厚さ80μmのポリサルホン樹脂フィルムを製造した。上記乾燥機の最初の乾燥ゾーン内におけるキャスト溶液の粘度は10poiseであった。上記の如く、故意に加工エッジが発生するようにPETフィルムのリボン巻き付けた部分に相当するポリサルホン樹脂フィルム膜厚計によって厚さ測定を行ったが、該部位の膜厚は、 $80 \pm 1 \mu\text{m}$ であり、該部位以外の膜厚のパラッキとはほぼ同等であった。

【0031】上記ポリサルホン樹脂フィルムを、次いで、1.3倍に一軸延伸処理を行い、位相差補償フィルムを製した。得られた位相差補償フィルムを、実施例1と同様に前記故意に加工エッジが発生するようにした部位を観察したが、光学的なムラは視認されなかった。

【0032】(比較例1) 実施例1の乾燥機における熱風のキャスト面に対する法線方向の風速を5.5m/秒から2.8m/秒に変更したこと以外、実施例1と同様に厚さ80μmのポリサルホン樹脂フィルムを製した。得られた未延伸のポリサルホン樹脂フィルムを巻き付けた部分に相当する部位の膜厚は、75μmに低下しており、加工エッジが認められ、更に、1.4倍に一軸延伸処理された位相差補償フィルムを製して実施例1と同様に前記故意に加工エッジが発生するようにした部位を観察したところ、光学的なムラとして明確に視認された。

【0033】(比較例2) 実施例1の乾燥機における熱風のキャスト面に対する法線方向の風速を5.5m/秒から13.0m/秒に変更したこと以外、実施例1と同様に厚さ80μmのポリサルホン樹脂フィルムを製した。得られた未延伸のポリサルホン樹脂フィルムを巻き付けた部分に相当する部位の膜厚は、 $80 \pm 2 \mu\text{m}$ であり、外観的には左程目立った加工エッジにはなっていないが、数字が示す如くパラッキは大きくなっていた。更に、1.4倍に一軸延伸処理された位相差補償フィルムは、実施例1と同様に前記故意に加工エッジが発生するようにした部位を観察したところ、位相差補償フィルム全体に光学的なムラが明確に視認された。

【0034】(比較例3) 実施例2の乾燥機における熱風のキャスト面に対する法線方向の風速を4.3m/秒から1.8m/秒に変更したこと以外、実施例2と同様に厚さ80μmのポリサルホン樹脂フィルムを製した。得られた未延伸のポリサルホン樹脂フィルムを、故意に加工エッジが発生するようにPETフィルムのリボ

ンを巻き付けた部分に相当する部位の膜厚は、 $80 \pm 2 \mu\text{m}$ であり、外観的には左程目立った施工スジにはなっていないが、数字が示す如くバラツキは大きくなっていた。更に、1.4倍に一軸延伸処理された位相差補償フィルムは、実施例1と同様に前記故意に施工スジが発生するようにした部位を観察したところ、位相差補償フィルム全体に光学的なムラが明確に視認された。

【0035】(比較例4) 実施例3の乾燥機における熱風のキャスト面に対する注流方向の風速を、 $6.0 \text{ m/sec}$ から $2.2 \text{ m/sec}$ に変更したこと以外、実施例3と同様にして厚さ $80 \mu\text{m}$ のポリサルホン樹脂フィルムを製作した。得られた未延伸のポリサルホン樹脂フィルムは、故意に施工スジが発生するようにPETフィルムのリボンを巻き付けた部分に相当する部位の膜厚は、 $73 \mu\text{m}$ と薄く、施工スジが認められ、更に、1.4倍に一軸延伸処理された位相差補償フィルムは、実施例1と同様に前記故意に施工スジが発生するようにした部位を観察したところ、位相差補償フィルムの施工スジが光学的なムラとして明確に視認された。

【0036】(比較例5) 実施例3の乾燥機における熱風のキャスト面に対する注流方向の風速を、 $6.0 \text{ m/sec}$ から $7.0 \text{ m/sec}$ に変更したこと以外、実施例3と同様にして厚さ $80 \mu\text{m}$ のポリサルホン樹脂フィルムを製作した。得られた未延伸のポリサルホン樹脂フィルムは、故意に施工スジが発生するようにPETフィルムのリボンを巻き付けた部分に相当する部位の膜厚は、 $80 \pm 2 \mu\text{m}$ であり、外観的には左程目立った施工スジにはなっていないが、数字が示す如くバラツキは大きくなっていた。更に、1.4倍に一軸延伸処理された位相差補償フィルムは、実施例1と同様に前記故意に施工スジが発生するようにした部位を観察したところ、位相差補償フィルム全体に光学的なムラが明確に視認された。

【0037】上記実施例及び比較例の光学透過フィルムの製造方法の各要因及び得られたポリサルホン樹脂フィルム及び位相差補償フィルムの上記性能を取り纏め、表1に示した。

【0038】

【表1】

		引伸/側面施工 注流速度 (m/sec) (注流速度)	施工時粘弾 係数 ( $\eta$ ) (poise)	$0.94 \times \eta^{0.88}$		注流方向の 風速 (V) (m/sec)	膜厚さ ( $\mu\text{m}$ )	故意に作った施工 スジが延伸後光学的 ムラとなったか否か
				の値	の値			
実 施 例	1	T-70 $\times$ /30wt %	59	4.8	11.2	5.5	$80 \pm 1$	光学的ムラなし
	2	T-70 $\times$ /35wt %	20	2.4	5.6	4.3	$100 \pm 1$	光学的ムラなし
	3	塩化Pv/22wt %	255	2.7	6.4	6.0	$80 \pm 1$	光学的ムラなし
	4	塩化Pv/33wt %	255	12.6	29.6	15.0	$70 \pm 1$	光学的ムラなし
比 較 例	5	T-70 $\times$ /30wt %	10	1.4	3.2	1.8	$80 \pm 1$	光学的ムラなし
	1	T-70 $\times$ /30wt %	59	4.8	11.2	2.8	$75/80$	光学的ムラあり
	2	T-70 $\times$ /30wt %	59	4.8	11.2	13.0	$80 \pm 2$	光学的ムラあり
	3	T-70 $\times$ /35wt %	20	2.4	5.6	1.8	$80 \pm 2$	光学的ムラあり
	4	塩化Pv/22wt %	25	2.7	6.4	2.2	$73/80$	光学的ムラあり
	5	塩化Pv/22wt %	25	2.7	6.4	7.0	$80 \pm 2$	光学的ムラあり

(注) 膜厚さの値に $75/80$ 、 $73/80$ とあるは、故意に作った施工スジがその他の $80 \mu\text{m}$ に対し各々 $75 \mu\text{m}$ 及び $73 \mu\text{m}$ であったことを示す。

【0039】

【発明の効果】 本発明の光学透過フィルムの製造方法は、叙上の如く構成されているので、厚さの均一性が高く、光学的に歪みの極めて少ない透明フィルムを製造す

ることが可能となり、液晶表示素子等の視覚装置に使用される高品質の光学透過フィルムを提供することができ、